

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-101630

(43)公開日 平成9年(1997)4月15日

(51)Int.Cl. ⁴	G 03 G	9/087	9/09	9/08	識別記号	庁内整理番号	PI	技術表示箇所
	G 03 G	9/087	9/09	9/08	G 03 G	9/08	381	
							361	
							371	

審査請求 未請求 請求項の数14 OL (全18頁)

(21)出願番号	特願平7-257816	(71)出願人	000001270
		コニカ株式会社	
		東京都新宿区西新宿1丁目26番2号	
(22)出願日	平成7年(1995)10月4日	(72)発明者	石橋 昭一郎
		東京都八王子市石川町2870番地コニカ株式会社内	
		(72)発明者	阿部 次男
		東京都八王子市石川町2870番地コニカ株式会社内	

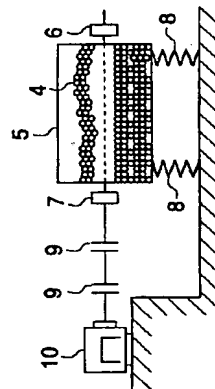
(54)【発明の名称】 静電荷像現像用トナー及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 装置の小型化及び色ズレを起こさない多重現像、一括転写プロセスに於いて、長期に亘り、安定した画像濃度及び転写特性を実現するために、着色樹脂粒子の表面に均一に外添剤をソフトに固定化した静電荷像現像用トナーを得る。

【構成】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒子に微粒子を添加してなり、該微粒子が着色粒子表面に固定化処理されてなるトナーにおいて、該固定化処理が、実質的に球形の混合媒体の存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時の着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度(°C)をT_gとした時に下記に示す温度範囲で処理された後に、混合媒体を取り除くことを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

T_g-20°C≦固定化処理温度≦T_g+20°C



(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒子に微粒子を添加してなり、該微粒子が着色粒子表面に固定化処理されてなる静電荷像現像用トナーの製造方法において、該固定化処理が、実質的に球形の混合媒体の存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時の着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度(°C)をT_gとした時に下記に示す温度範囲で処理された後に、混合媒体を取り除くことを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

T_g-20°C≦固定化処理温度≦T_g+20°C

【請求項2】 前記混合媒体の体積平均粒径が0.1〜1.0μmであることを特徴とする請求項1に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項3】 前記混合媒体の比重が2.0〜4.0であることを特徴とする請求項1又は2に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】 前記混合媒体と着色粒子の重量比が下記に示す体積比で処理されることを特徴とする請求項1、2又は3に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

混合媒体：着色粒子=1：2〜2：1

【請求項5】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒子に微粒子を添加してなるトナーの製造方法において、該微粒子の体積平均粒径が50〜1000nmであり、かつ、前記着色粒子表面に10〜90%の固定化率で固定化されてなることを特徴とする請求項1〜4の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 前記微粒子が無機微粒子又は樹脂微粒子であることを特徴とする請求項1〜5の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項7】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒子に微粒子を添加してなり、該微粒子が着色粒子表面に固定化処理されてなるトナーにおいて、着色粒子と微粒子の予備混合工程を施した後、固定化工程を行うことを特徴とし、該予備混合時の着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度(°C)をT_gとしたときに、下記に示す温度範囲で予備混合することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

予備混合温度(°C)≦T_g-30°C

【請求項8】 少なくとも着色粒子と微粒子の予備混合工程を施した後、固定化工程を行う静電荷像現像用トナーの製造方法において、固定化工程時の着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度(°C)をT_gとした時に下記に示す温度範囲で処理することにより、10〜90%の固定化率で固定化してなることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

T_g-20°C≦固定化処理温度≦T_g+20°C

【請求項9】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法において、少なくとも下記に示す時間で保持されることを特徴とする請求項8に記載の静電荷像現像用トナーの製

造方法。

1min≦保持時間≦60min

【請求項10】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法において、固定化工程時の昇温速度及び降温速度が下記に示すような速度範囲で処理することを特徴とする請求項8又は9に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

1.0°C/min≦昇温及び降温速度≦5.0°C/min

【請求項11】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法において、混合機の操作翼の先端周速が下記に示すような速度範囲で処理することを特徴とする請求項8、9又は10に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

予備混合速度≧30m/sec

10m/sec≦固定化処理速度≦40m/sec

【請求項12】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法において、固定化工程後に露処理工程を有することを特徴とする請求項8〜11の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項13】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒子に微粒子を添加してなるトナーの製造方法において、該微粒子の体積平均粒径が50〜1000nmであり、かつ、前記着色粒子表面に10〜90%の固定化率で固定化されてなることを特徴とする請求項8〜12の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項14】 前記微粒子が無機微粒子又は樹脂微粒子であることを特徴とする請求項8〜13の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、電子写真方式の複写機及びプリンター等における2成分系の静電荷像現像用トナーに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、電子写真方式を用いた複写機及びプリンターでは、着色剤を含有した樹脂粒子を用いて静電荷像を可視化する方法が一般的であり、この着色樹脂粒子には、荷電制御、流動性向上等を目的として外添剤が使用されている。特に、特開昭62-182775号

の如く流動性向上効果が大いことから比較的小粒径の外添剤が添加されている。しかしながら、このような小粒径の外添剤を添加した場合、現像器中で生じるストレスにより、外添剤がトナー中に埋没し、帯電量が変化したり、転写性の低下を引き起こすという欠点を有する。【0003】 また、カラー複写機、カラープリンターに於いては、複数の基本色を重ね合わせて画像形成を行う方法が一般的であり、小型化、色ズレ防止を目的として、現像剤を感光体に対して非接触状態で現像し、感光体上に全ての色を重ね合わせた後、一括して転写紙に転写する非接触現像一括転写方式が提案されている。

(6)

(3)

【0004】かかるプロセスに於いては現像時に、トナ

[000]

【課題を解決するための手段】以上の目的を達成するために、本発明の静電荷発現用トナーは、 SiO_2 も着色剤樹脂に10～90%の固体化率で固定化されたことと、表面に10～90%の固体化率を得るための製造方法とを特徴とする。また、該トナーを得るための製造方法は、実質的に球形の混合媒体の存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合した着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度を T_g とし、 $T_g - 20^\circ\text{C}$ で固体化処理温度 $T_g + 20^\circ\text{C}$ の温度範囲で処理することとを特徴とする。本発明における混合媒体が実質的に球形であるとは、球形又は球形に近しい円形であることをいう。

具体的に、混合媒体の短径 a と長径 b の平均値の比 a/b が、 $0.8 \sim 1.0$ であることが好ましく、特に $0.9 \sim 1.0$ であることが好ましい。このよう長径短径に對する着色粒子の表面に球形的な微粒子の固定化状態を十分に均一化することができ、混合媒体の体積平均短径は長径と短径の平均であり、 $0.1 \sim 1.0 \text{ mm}$ であることが好ましく、特に $0.25 \sim 0.5 \text{ mm}$ が好ましい。また、仰配混合媒体の比重は混合媒体と着色粒子の充填比が、混合媒体：着色粒子＝ $1:1$ 、 $2 \sim 2:1$ の体積比で処理されることが好ましい。混合媒体の材質は、その比重と、混合される着色粒子及び微粒子とのコンタミ量（汚染性）を考慮して適宜選択される。具体的に、プラスチック、鉄、ガラス、アルミナ、ジルコニア、窒化珪素から選択される。

【0009】また、本発明の別の態様では、該「ナノ」を得るための製造方法は、着色粒子と微粒子のナノ級混合工工程を特長とし、予備混練工程を経て、予備混練工程時の着色粒子の温度を処理温度（℃）を T とした時に、予備混合温度 $\leq T + 30^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で行う。固定化工程時の着色粒子の温度は、 $T + 20^{\circ}\text{C}$ \leq 固定化処理温度 $\leq T + 20^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で処理することが好ましい。本発明においては、混合時の媒体粘度が、予備混合粘度 $\geq 30\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 、100 $\text{mPa}\cdot\text{sec}$ \leq 固定化処理粘度 $\leq 40\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ の範囲であることが好ましい。また、固定化工程時の処理温度範囲で1 min \leq 保持時間 $\leq 60\text{ min}$ の時間保持することが好ましい。更に、1.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \leq 温度上昇率が好ましく、0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の速さ範囲で品温の調整をすることが好ましい。これにより、前者で用いた混合媒体を用いずに良好な結果を得ることができ、

100071

【0007】
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、着色粒子表面に50～1000nmの微粒子をソフトに固定

加しているが、粒径が小さくなるほど流動性と効果は大きくなる。また、帯電性はキャリアと接する最表面の外添剤にのみ付着され、外添剤表面の帯電性を抑制することによってコンタクト不良が、外添剤表面の粒径が小さくなると、トナー表面との摩擦によりトナー中に埋没しやすくなり、トナー表面の摩擦によりトナーが接触し、トナーの帯電性に影響ははじめ、帯電性の变化が生じる。これに対して、大粒径外添剤を用いると外添剤埋没防止できるものの、粒径が大きくなるため流動性が悪くなること、また樹脂粒子表面との接着力が弱いため、外添剤の離脱が発生し、キャリア表面の汚染による帯電電位変化（図 2）を生ずる。

$$F d = 1 - \left(\frac{\text{固定化トナ一Sw} - \text{未処理トナ一Sw}}{\text{添加外添刻Sw}} \right) \times 100 (\%)$$

【0015】固定化トナー：固定化トナーのBET比表面積 (m²/g)

未処理トナ：未処理トナのBET比表面積 (m²/g)

添加外添剤 : 添加した外添剤の BET 比表面積 (m²/g)

なお、BET比表面積は島津製作所(株)製 Flow sorb 2300を用い、BET1点法により測定したものである。

【0016】上記の温度範囲で $T_g - 20^\circ\text{C}$ 以下では固定化率 F_d が10%に達せず、微粒子は単に着色粒子の表面に付着しているだけの状態であり、微粒子が樹脂に上記の上記の問題が発生する。また、 $T_g + 20^\circ\text{C}$ 以上では樹脂に固定化率 F_d が90%を超え、外添剤樹脂が過剰に固定化されて、着色粒子表面の影響が大きくなり、大粒径外添剤の効果がなくなると、トナー同士で凝集が飛出し、粒度分布が変化したり、荷電量の低下、トナー発生、画像劣化が発生する。一方、 $T_g - 20^\circ\text{C}$ 以下で、且つ電圧劣化を上げずに固定化を試みれば、混合媒体の強度では外添剤を打ち込むだけの耐擦力には付与できず固定化率 F_d は10%以下で不十分であったとしても、そのときの固定化率 F_d が10%以上になったとしても、それはハードな固定化状態となり、目的とする効果は得られない。

【0017】また、従来、大粒径外添剤を添加した場合の問題であった流動性付与効果の低下に対しては、実質的に球形の混合媒体の存在下、 $T - 20^{\circ}\text{C} \leq$ 固定化処理温度 $\leq T + 20^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で処理することで改善されることがわかった。

【0018】外剤系は、上記の優れた効果を發揮するのには粒径が、50nm以上の物を使用するのがよい。50nm以下の物では大粒径外剤系の特徴である埋没抑制効果は、固定化により完全に埋没してしまふ。また、1000nm以上の物では流動性の低下が著

！く上記の温度範囲で処理をしても改善できない。

【0019】本発明で用いられるトナーは結着樹脂と着色剤と必要に応じて使用されるその他の添加剤とを含有した着色粒子に本発明の微粒子を添加した1〜30 μ m、好ましくは5〜15 μ mである。

【0020】着色粒子を構成する結着樹脂としては特に限定されず、従来公知の種類の樹脂が用いられる。例えば、スチレン系樹脂・アクリル系樹脂・スチレン/アクリル、ポリエチレン系樹脂等が挙げられる。この中で、樹脂のガラス転移温度としては微粒子の周囲は良好となるが、45〜70℃で、好ましくは52〜65℃である。この温度が低い場合には微粒子の周囲は良好となるが、プロッキング性が低下し、いわゆる現象樹脂内部で変質やトナーのキャプチャに対する強着の問題が発生する。一方、ガラス転移温度が高い場合には、プロッキングの問題は発生し、膜に対する接着性が低下し、定着率が低下する問題が発生する。

【002】着色剤として特許に限定されず、従来トナール用として公知の、カーボンブラック・ニグロシン染料ローション・アニリンブルー・カルコマルブルー・クロムイエロー・ウルトラマリブルー・デュボントイルレックス・キノリンイエロー・メチレンブルークロライド・フロジオアベンチルブルー・マラカイトグリーン・オクサレート・ローズベンチルが挙げられる。

【0022】例えば黒トナーとしてはカーボンブラック・ニグロシン染料等が使用され、イエロー、マゼンタ、シアントナーに必要な顔料としては、C. 1. ビグメントブルー15・3、C. 1. ビグメントブルー15、C. 1. ビグメントブルー15・6、C. 1. ビグメントブルー68、C. 1. ビグメントレッド48・3、C. 1. ビグメントレッド122、C. 1. ビグメントレッド212、C. 1. ビグメントレッド57・1、C. 1. ビグメントイエロー17、C. 1. ビグメント

(7)

11

【0039】本発明においては、上述のように特定の条件下で着色粒子と微粒子を予備混合した後、固定化工程を行うことを特徴としており、予備混合工程においては、機械的衝撃力の大きい条件で、かつ着色粒子の樹脂のガラス転移温度 T_g としたときに、予備混合温度 $\leq T_g - 30$ ℃の材料温度の範囲で攪拌混合するので、着色粒子と微粒子との静電吸引力に更にメカニカル効果や、更に微粒子の1次粒子への溶解効果等が付与され、その結果着色粒子の表面上に微粒子が密着に分散し、均一に付着した状態の混合物を短時間に得ることができる。

【0040】なお、予備混合時の機械的衝撃力の小さくなる攪拌時間が 30 m/sec よりも小さい場合には、微粒子の1次粒子への溶解効果が不足し、着色粒子表面に均一に付着することができなくなり、いわゆる微粒子の遊離を引き起こす。また、予備混合時の温度が $T_g - 30$ ℃よりも高くなる場合には、微粒子が着色粒子表面上に均一に付着しきつていないうちから着色粒子表面が軟化し始めるため、着色粒子の凝集や遊離を引き起こす。

【0041】一方、固定化工程において、予備混合工程よりやや機械的衝撃力を低下させ、かつ材料温度を $T_g - 20$ ℃ \leq 固定化温度 $\leq T_g + 20$ ℃に高くして処理しているため、着色粒子の表面に好適に付着した微粒子を遊離させることなく容易にかつソフトに固定化することができる。

【0042】一方、 $T_g - 20$ ℃以下の温度で攪拌時間を 40 m/sec 以上にして機械的衝撃力を上げて処理した場合に、このときの固定化率 F_d が10%以上になったとしても、それはハードな固定化状態となり、目的とする効果は得られない。

【0043】また、上記固定化温度で 1 min 以上保持時間 $\leq 60\text{ min}$ の範囲で保持することにより、着色粒子表面に微粒子を均一に固定化することができる。更に、 $1.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以上昇温及び降温 $\leq 5.0^\circ\text{C}/\text{min}$ の速度範囲で品温調整を行っているため、槽内での品温のばらつきやプロッキングも起こらず、槽内を常に均一な状態で固定化処理することが可能で、非常に均一な固定化状態を達成できる。

【0044】なお、 $5.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以上の速い速度で昇温させた時には、槽内の温度分布がばらつき、非常に高温の部分とほとんど温度の変化していない部分とが存在し、着色粒子表面の固定化状態も不均一な状態となる。また、 $1.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以下の速い速度で昇温した場合は、攪拌時間が非常に長くなり、着色粒子表面に付着した微粒子が徐々に遊離し、槽内の状態が悪化してプロッキング等を引き起こす場合がある。このことから、均一な状態で固定化を進行させるためには、昇温速度は適正な速度で行い、保持時間をある程度設けることが好ましい。槽内全体が均一な一定温度になった状態

12

態で固定化を進行させることで、非常に均一な固定化状態が達成される。

【0045】本発明は、上記の条件が全て満たされたときに長期に亘り、安定した帯電性と、高く且つ安定した転写性を維持し、優れた現像性能を発現する。これらの内いずれかの条件が、範囲内にはずれない場合には上記のような問題が発生し、目的とする性能の現像剤は得られないものではない。

【0046】又、温度の制御方法としては、外部より温水等を用いて必要な温度に調整することが望ましい。この時温度の測定方法は、トナーが媒材混合されている状態でトナーが流動している部位の温度を測定するものである。また更に、固着処理後に冷水を流通させ、冷却工程を行うことが好ましい。

【0047】また、本発明では同一の層付混合装置で全て処理を行うため、2種以上の微粒子を同時に、或いは別々に固定化することも可能である。また固定化処理後に流動性向上剤等を添加、混合してもよい。

【0048】画像を感光体上へ形成する方式としては接触画像で画像を形成する方法でもよく、カラー画像を形成する場合には、現像剤を非接触状態で感光体上へ繰り返し画像を形成し、フルカラー画像を形成する方式でもよいし、接触式には非接触状態で1色ずつ感光体上へ形成し逐次感光体より中間転写体へ転写し、その中間転写体でフルカラー画像を形成する方法でもよい。

【0049】非接触状態で現像を行う場合には、薄層形成方式で現像剤を搬送する方法が好ましい。薄層形成方式では現像剤担持体表面に現像領域で $20 \sim 500\text{ }\mu\text{m}$ の現像剤層を形成する方式を示す。この薄層形成を行う場合には磁気力を使用する磁性ブレードや現像剤担持体表面に現像剤層規制層を押圧する方式等がある。更に、ウレタンブレードや降着鋼板等を現像剤担持体表面に接触させ現像剤層を規制する方法もある。

【0050】現像剤担持体としては、担持体内部に導石を内蔵した現像剤が用いられ、現像剤担持体表面を構成するものとしてはアルミニウムや表面を酸化処理したアルミニウム或いはステンレス製のものが用いられる。

【0051】押圧用鋼材の押圧規制力としては $1 \sim 5\text{ gf/mm}$ が好適である。押圧力が小さい場合には規制力が不足するため搬送が不安定になり、一方、押圧力が大きい場合には現像剤に対するストレスが大きくなるため、現像剤の耐久性が低下する。好ましい範囲は $3 \sim 10\text{ gf/mm}$ である。

【0052】現像剤担持体と感光体表面の間隙(Ds)は現像剤層よりも大きいことが必要で、現像剤層よりも間隙が $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上広いことが好ましい。特に好適な範囲としては $15 \sim 200\text{ }\mu\text{m}$ である。更に、現像剤アスとしてDC成分に加えて、交番電圧としてACバ

イアスを印加する方法がよい。交番電圧としては $100 \sim 3000\text{ Hz}$ 、電圧としてはピークからピーク(V

13

p-p)の絶対値で $500 \sim 2000\text{ V}$ が好適な範囲である。この範囲を超えた場合には交番電界の効果である弱帯電性トナーの引き戻し効果が発現されず、更にこの範囲よりも小さい場合にも同様に交番電界の作用が発現されない。

【0053】現像剤担持体の大きさとしては直径が $10 \sim 40\text{ mm}$ のものが好適である。直径が小さい場合には現像剤の混合が不足し、トナーに対して帯電付与を行うに充分な混合を確保することが困難となり、直径が大きくなるとは現像剤に対する遠心力が大きくなり、トナーの飛散の問題が発生する。

【0054】

【作用】本発明においては、実質的に球形の混合媒体が存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時の着色粒子のガラス転移温度(T_g)を T_g とした時に、 $T_g - 20$ ℃ \leq 固定化処理温度 $\leq T_g + 20$ ℃の温度範囲で処理しているため、媒体の分散効果により、均一な固定化、添加微粒子の分散が達成でき、着色粒子の凝着や凝集は一切起こらず、篩い分け工程を省略できる。しかも実質的に球形である混合媒体の混合容器内への充填率を高くすることが可能となり、着色粒子及び微粒子との混合媒体を高い確率で接触させることができ、短時間で混合、固定化が達成される。また、媒体から与えられる勢力はブレードタイプの固定化装置に比較して微小であり、媒体の種類を適宜選択することにより混合強度を自由に調整することも可能で、目的とするソフトな固定化は十分達成される。

【0055】本発明の別の態様においては、着色粒子と(着色粒子製造例)、(着色粒子製造例1)

成分
ポリエステル樹脂(ガラス転移温度 $= 57^\circ\text{C}$)
カーボンブラック
ポリプロピレン

上記成分を混練、粉砕、分级して体積平均粒径 $8.5\text{ }\mu\text{m}$ の着色粒子を得た。これを「黒着色粒子1」とする。

【0059】(着色粒子製造例2)着色粒子製造例1に於いて、カーボンブラックの代わりにC. I. ピグメントイエロー17を用いた他は同様にして着色粒子を得た。これを「Y着色粒子1」とする。

【0060】(着色粒子製造例3)着色粒子製造例1に於いて、カーボンブラックの代わりにC. I. ピグメントレッド122を用いた他は同様にして着色粒子を得た。これを「M着色粒子1」とする。

【0061】(着色粒子製造例4)着色粒子製造例1に於いて、カーボンブラックの代わりにC. I. ピグメントブルー15:3を用いた他は同様にして着色粒子を得た。これを「C着色粒子1」とする。

【0062】[添加微粒子製造例]

(微粒子1)乾式シリカ(数平均一次粒子径 100 nm

(8)

14

* 微粒子との予備混合工程においては、機械的衝撃力の大きい条件で、かつ着色粒子の樹脂のガラス転移温度(T_g)としたときに、予備混合温度 $\leq T_g - 30$ ℃の材料温度の範囲で攪拌混合するので、着色粒子と微粒子との静電吸引力に更にメカニカル効果や、更に微粒子の1次粒子への溶解効果等が付与され、その結果着色粒子の表面上に微粒子が密着に分散し、均一に付着した状態の混合物を短時間に得ることができる。このように状態の混合物は、微粒子に由来する白色の粒子が現れ、均一に付着した状態の混合物とは明らかに異なる。

【0056】そして、固定化工程においては、予備混合工程より機械的衝撃力を低下させ、かつ材料温度を $T_g - 20$ ℃ \leq 固定化温度 $\leq T_g + 20$ ℃に高くして処理しているため、着色粒子の表面に好適に付着した微粒子を遊離させることなく容易にかつソフトに固定化することができる。また、固定化温度で 1 min 以上保持時間 $\leq 60\text{ min}$ の範囲で保持することにより、着色粒子表面に微粒子を均一に固定化することができ、更に、 $1.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以上昇温及び降温 $\leq 5.0^\circ\text{C}/\text{min}$ の速度範囲で品温調整を行っているため、槽内での品温のばらつきやプロッキングも起こらず、トナーの溜り分け工程を行うことが望ましいがこれを省略することも出来る。槽内を常に均一な状態で固定化処理することが可能で、非常に均一な固定化状態を達成できる。

【0057】

【実施例】以下、本発明を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明の態様はこれに限定されない。

【0058】実施例1

成分
重炭酸
100
10

重量部

m) 100 g に、ヘキサメチルジシラン 15 g をメタノール中で30分攪拌、濾過、乾燥後、解砕して作製した。

【0063】(微粒子2)乾式シリカ(数平均一次粒子径 15 nm)を、微粒子1と同様の方法で作製した。

【0064】(微粒子3)アモルファスチタニア(数平均一次粒子径 150 nm)を、微粒子1と同様の方法で、 $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 10 g を用いて処理し、作製した。

【0065】(微粒子4)アモルファスチタニア(数平均一次粒子径 20 nm)を、微粒子3と同様の方法で作製した。

【0066】(微粒子5)乳化重合法により作製したメチルメタクリレート(MMA)微粒子(数平均一次粒子径 50 nm)を用いた。

【0067】(微粒子6)乳化重合法により作製したメ

(13)

22

トレッド1122を用いた他は同様にして着色粒子を得た。これを「M着色粒子1」とする。
【0088】(着色粒子製造例4) 着色粒子製造例1に於いて、カーボンブラックの代わりにC. I. ピグメントブルー15:3を用いた他は同様にして着色粒子を得た。これを「C着色粒子1」とする。
【0089】(添加微粒子製造例)
(微粒子1) 乾式シリカ(数平均一次粒子径100nm) 100gに、ヘキサメチルジシラン15gをメタノール中で30分攪拌、濾過、乾燥後、解砕して作製した。
【0090】(微粒子2) 乳化重合法により作製したメ

24

チルメタアクリレート微粒子(数平均一次粒子径50nm)を用いた。
【0091】(トナー製造例) 上記着色粒子と微粒子を三井ヘンシェルミキサー(FM-10B)を用いて表4、5に示す条件で予備混合したのち、ジャケットに温水を流通させて同速、時間及び昇温速度を種々変化させ本発明のトナーを得た。以下にその条件及び結果を示す。尚、本実施例2では、特に混合媒体を使用しなかつた。

10 【0092】
【表4】

(14)

25

26

トナー製造例	予備混合工程			固 定 化 工 程				
	処理	温度(℃)	周 速(m/s)	温 度(℃)	保持時間(min)	昇温速度(℃/min)	周 速(m/s)	固定化率(%)
実 施 例	トナー1Y	有	20	40	20	4.0	20	75
	トナー1M	有	20	40	20	4.0	20	75
	トナー1C	有	20	40	20	4.0	20	75
	トナー1K	有	20	40	20	4.0	20	75
用	トナー2Y	有	20	30	70	4.0	20	74
	トナー2M	有	20	30	70	4.0	20	74
	トナー2C	有	20	30	70	4.0	20	74
	トナー2K	有	20	30	70	4.0	20	74
	トナー3Y	有	25	40	70	4.0	20	76
	トナー3M	有	25	40	70	4.0	20	76
	トナー3C	有	25	40	70	4.0	20	76
	トナー3K	有	25	40	70	4.0	20	76
	トナー4Y	有	20	40	70	4.0	20	88
	トナー4M	有	20	40	70	4.0	20	88
	トナー4C	有	20	40	70	4.0	20	88
	トナー4K	有	20	40	70	4.0	20	88
	トナー5Y	有	20	40	70	1.0	20	73
	トナー5M	有	20	40	70	1.0	20	73
	トナー5C	有	20	40	70	1.0	20	73
	トナー5K	有	20	40	70	1.0	20	73
	トナー6Y	有	20	40	70	4.0	40	86
	トナー6M	有	20	40	70	4.0	40	86
	トナー6C	有	20	40	70	4.0	40	86
	トナー6K	有	20	40	70	4.0	40	86
	トナー7Y	有	20	20	70	4.0	20	73
	トナー7M	有	20	20	70	4.0	20	73
	トナー7C	有	20	20	70	4.0	20	73
	トナー7K	有	20	20	70	4.0	20	73
	トナー8Y	実施用トナー1に同じ	80	80	80	4.0	20	90
	トナー8M	実施用トナー1に同じ	80	80	80	4.0	20	90
	トナー8C	実施用トナー1に同じ	80	80	80	4.0	20	90
	トナー8K	実施用トナー1に同じ	80	80	80	4.0	20	90

【表5】

【0093】

	予備混合工程		固定化工程						藻植物	
	処理	温度 (℃)	流速 (m/s)	温度 (℃)	保持時間 (min)	昇温速度 (℃/min)	流速 (m/s)	固定化度 (%)		
比較用	トナー1-Y	無	-	-	70	20	4.0	20	70	×
	トナー1-M	無	-	-	70	20	4.0	20	70	×
	トナー1-C	無	-	-	70	20	4.0	20	70	×
	トナー1-K	無	-	-	70	20	4.0	20	70	×
	トナー2-Y	有	45	40	70	20	4.0	20	91	×
	トナー2-M	有	45	40	70	20	4.0	20	91	×
	トナー2-C	有	45	40	70	20	4.0	20	91	×
	トナー2-K	有	45	40	70	20	4.0	20	91	×
	トナー3-Y	実施用トナー1に同じ	70	0	4.0	20	22	○		
	トナー3-M	実施用トナー1に同じ	70	0	4.0	20	22	○		
トナー3-C	実施用トナー1に同じ	70	0	4.0	20	22	○			
トナー3-K	実施用トナー1に同じ	70	0	4.0	20	22	○			

【0094】[現像剤製造例]
キャリアの製造法)実施例1と同様な方法、組成で作
20 (粒散透過率/全透過率×100)を測定した。実用上
は20%以下であることが望ましい。

【0095】（現像剤製造法）実施例 I と同様な方法、組成で作製した。

【0096】《トナー及び現像剤評価》上記方法により
 複製したトナー及び現像剤は、外添剤の浮きの評価、遊
 離外添剤の濁度評価、現像剤の帯電立ち上がりの評価を
 それぞれ行った後、実機にてテストを行った。

【0097】《実機評価》実施例1と同様な機器を用い、

【0098】《評価項目、方法》実験テストはN. N. 環境条件(20℃; 50% R. H.) に於いて、実写評価を1000枚行い、その初期と1000枚複写後の帯電量、ホタル、黒ボチの評価をした。

【0099】(1) 外添剤付き
ポリカワミクロン(株)製パウダスタを用い、表1の
ように作製したトナーを60g使用して、タッピングデ
ストを行い表面に浮いた肉眼にて確認できる外添剤粒子
の個数を数えて評価した。

【0100】(2) 濁度
日本電色(株)製COH-300Aを用いて、厚さ1cmのセルにトナー0.4mgと水1mlを入れ、濁度

(拡散透過率/全透過率×100)を測定した。実用上は20%以下であることが望ましい。

【0101】(3) 現像剤帯電立上りと現像剤製造法に記載されている混合中に混合開始後

行った。0.75以下であることが望ましい。

【0102】実機テスト

(4) 帯電量

実機にて耐久テストを行い、初期の現像剤の帯電量と1

た。
00000コピ一終了時の帯電量をブローオフ法にて測定

【0103】(5) ホタル
所像サンプルより、トナー凝集物によるホタル光状の画
象欠陥の評価をした。

【0104】(6) 黒ボチ

【0105】『評価結果』上記の評価を表4、5に示し各々のトナーで現像剤を作製して行った。その結果を表6、7に示す。

【0106】
【表6】

[illegible]

【喪了】

(17)

(18)

33

34

その表面に好適に付着した微粒子を遊離させることなく、容易かつソフトに固定できることができた。着色粒子の凝集物や懸濁物の発生にも観察されず、ホルタルなどの画質劣化も認められなかった。また、固定温度で $1\text{ min} \leq$
保持時間 $\leq 60\text{ min}$ の間範囲で保持すること、更に、 $1.1^\circ\text{C}/\text{min} \leq$ 昇温率 $\leq 5.0^\circ\text{C}/\text{min}$ の速度で速く昇温して製品温度まで加熱を行なったことにより、非特異的な固定状態を生じることが可能である。
[0111] これにより、長期に亘り、安定した帯電性向上が得られる非特異に塗られた被検物を定めることができる。と、部点より安定した帯電性を維持し、また、装置の小型化が望まれることを目的とした多重現象像、高倍率像を実現し、安定した鑑写特性を奏するたため、画像鮮鋭性を確保し、安定した鑑写特性を奏するたため

こ、着色樹脂粒子の表面に均一に外添剤をソフトに固定化した静電荷像現像用トナーが得られた。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るバイプロミルの説明のための要図。

【符号の説明】

混合媒体

4 此日殊中
3 ミル本休

三、九、本件

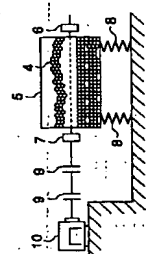
9 偏心度

7. 傷心投訴

8 スプリング

9 フレキシブル

【☒】



101081

【発明の効果】本発明においては、混合媒体の存在下に着色粒子と微粒子を混入し、且つ、混合時の着色粒子のガラス転移温度（ T_g ）を $T_g + 20^\circ\text{C}$ の温度範囲で処理して固定化処理温度（ $T_g + 20^\circ\text{C}$ ）の温度範囲で処理して固定化処理温度以下、着色粒子の融着や凝集が起ころらず、均一な固定化、添加微粒子の分散が達成でき、しかも、短時間で混合、固定化が達成される。また、媒体から与えられたい弾力性は他のタイプの固定化装置に較べ、微小であり、目的とするソフトな固定化が達成される。

【0109】本発明の別の態様による、着色粒子と微粒

子ととの予備混合工程においては、機械的衝撃力の大きい条件下、かつ着色粒子の樹脂のガラス転移温度 (T_g) を T_g としたときに、予備混合温度 $\leq T_g - 30^\circ\text{C}$ の材料温度の範囲で攪拌混合する。これにより外添粒微粒子は着色粒子の表面上に密着し分散し、均一に付着した状態の混合物を短時間で得ることができるので、微粒子の浮きや、逆離外添和が発生せず、黒ボチの弊とも認められない。

【0110】そして、固定化工程においては、予備混合工程より機械的断裂力を低下させ、かつ材料温度を $T_g - 20^\circ\text{C} \leq \text{固定化温度} \leq T_g + 20^\circ\text{C}$ に高くして処理している。特に混合媒体などを使用しなくても着色粒

[illegible]